

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 09-101632
(43)Date of publication of application : 15.04.1997

(51)Int.Cl.

G03G 9/09
G03G 9/097
G03G 9/08
G03G 9/087

(21)Application number : 07-262213

(71)Applicant : RICOH CO LTD

(22)Date of filing : 14.09.1995

(72)Inventor : TOMITA MASAMI
MATSUI AKIO
MASUDA MINORU

(30)Priority

Priority number : 06248423 Priority date : 16.09.1994 Priority country : JP
07215151 01.08.1995 JP

(54) ELECTROPHOTOGRAPHIC DRY COLOR TONER AND ITS PRODUCTION

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To produce a color toner capable of forming a projected image excellent in color reproducibility when a toner image formed on a light-transmitting film by an electrophotographic method is projected by OHP, having excellent electrification property and hardly causing the toner contamination of a developing roller.

SOLUTION: This color toner essentially consists of at least a binder resin, a pigment and an electrification controlling agent, and the Haze of the color toner is 1-10%. A mixture of a binder resin and a pigment is preliminarily kneaded as a first stage with an org. solvent at a temp. lower than the melting temp. of the binder resin, and further the binder resin and an electrification controlling agent are added to the mixture and heated, kneaded and molten as a second stage.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 10.04.2001

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 19.02.2003

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection] 2003-004752

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection] 24.03.2003

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平9-101632

(43)公開日 平成9年(1997)4月15日

| (51)Int.Cl. ⁸ | 識別記号 | 庁内整理番号 | F I | 技術表示箇所 |
|--------------------------|-------|--------|---------|--------|
| G 0 3 G | 9/09 | | G 0 3 G | 9/08 |
| | 9/097 | | | 3 6 1 |
| | 9/08 | | | 3 4 6 |
| | 9/087 | | | 3 7 5 |
| | | | | 3 8 1 |

審査請求 未請求 請求項の数7 F D (全 11 頁)

| | | | |
|-------------|-----------------|---------|--|
| (21)出願番号 | 特願平7-262213 | (71)出願人 | 000006747 株式会社リコー 東京都大田区中馬込1丁目3番6号 |
| (22)出願日 | 平成7年(1995)9月14日 | (72)発明者 | 富田 正実 東京都大田区中馬込1丁目3番6号 株式 会社リコー内 |
| (31)優先権主張番号 | 特願平6-248423 | (72)発明者 | 松井 秋雄 東京都大田区中馬込1丁目3番6号 株式 会社リコー内 |
| (32)優先日 | 平6(1994)9月16日 | (72)発明者 | 増田 稔 東京都大田区中馬込1丁目3番6号 株式 会社リコー内 |
| (33)優先権主張国 | 日本 (J P) | (74)代理人 | 弁理士 池浦 敏明 (外1名) |
| (31)優先権主張番号 | 特願平7-215151 | | |
| (32)優先日 | 平7(1995)8月1日 | | |
| (33)優先権主張国 | 日本 (J P) | | |

(54)【発明の名称】 電子写真用乾式カラートナー及びその製造方法

(57)【要約】

【課題】 電子写真方法により透光性フィルム上に形成したトナー画像に基づきOHPにより投影像を作成する場合に、色再現性の優れた投影像を形成することができるカラートナー及びトナーの帯電性に優れ且つ現像ローラーへのトナー汚染の少ないカラートナー並びにその製造方法を提供する。

【解決手段】 少なくともバインダー樹脂、顔料及び帯電制御剤を主成分とするカラートナーにおいて、該カラートナーのヘーズ度が1～10(%)であるカラートナー、並びにバインダー樹脂と顔料の混合物を予め有機溶剤と共にバインダー樹脂の熔融温度よりも低い温度で1段目の混練を行ない、更にバインダー樹脂、帯電制御剤を加えて2段目の加熱熔融混練するその製造方法。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 少なくともバインダー樹脂、顔料及び帯電制御剤を主成分とするカラートナーにおいて、該カラートナーのヘーズ度が1～10(%)であることを特徴とする電子写真用乾式カラートナー。

【請求項2】 請求項1記載のカラートナー中の顔料の平均分散粒子径が、0.2μm以下であることを特徴とする電子写真用乾式カラートナー。

【請求項3】 請求項1記載の顔料として、C. I. Pigment Yellow 180を含有することを特徴とする電子写真用乾式カラートナー。

【請求項4】 請求項1記載の帯電制御剤として、サリチル酸誘導体の金属塩を含有することを特徴とする電子写真用乾式カラートナー。

【請求項5】 請求項1記載のカラートナーに、外添剤として疎水化度50%以上の疎水性シリカ微粉末を含有することを特徴とする電子写真用乾式カラートナー。

【請求項6】 バインダー樹脂と顔料の混合物を予め有機溶剤と共にバインダー樹脂の熔融温度よりも低い温度で1段目の混練を行ない、更にバインダー樹脂及び帯電制御剤を加えて2段目の加熱熔融混練することを特徴とする請求項1記載の電子写真用乾式カラートナーの製造方法。

【請求項7】 請求項6に記載された1段目の混練物に加える有機溶剤が(バインダー樹脂+顔料)100重量部に対して5～20重量部含有させた状態で1段目の混練を行なうことを特徴とする電子写真用乾式カラートナーの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、電子写真法、静電印刷法などに用いられるカラートナーに関する。

【0002】

【従来の技術】電子写真法を用いた画像形成技術は、デジタル化、カラー化など多様化の傾向にある。フルカラー電子写真法によるカラー画像形成は、一般に3原色であるイエロー、マゼンタ、シアンの3色のカラートナー、又はこれに黒色を加えた4色(以下、この4色トナーをカラートナーと言う)を用いて色の再現を行なうものである。即ち、同一支持体上にトナーを重ね合わせ、1回の定着でフルカラー画像を得るものである。また、支持体として透明性フィルムを用い、この上にカラートナーにより文字や画像を形成して、これをオーバーヘッドプロジェクター(OHP)に用いてカラーの投影像を得ることが行なわれている。

【0003】ただ、電子写真法により、このように画像を形成した場合、トナー画像がカラーであるにもかかわらず、得られる投影画像は鮮明なカラー画像ではなく、濁りのある画像となってしまうなど、色再現性が問題となる。この原因は、トナー画像表面が凸凹になっている

ために投影光が散乱若しくは乱反射し、トナー画像部分の光が被投影面まで到達できないので、その結果トナーの画像部分が影として現われ、濁りのある画像となるものと考えられる。

【0004】このような欠点を解決する方法として、得られるトナー画像の表面を処理することが提案されている。例えば、特開昭63-123055号公報では、透明フィルム上にカラーのトナー画像を形成した後に、該トナー画像の表面に透明トナーの皮膜層を形成することにより、トナー画像の表面を平滑にして、投影像の上記欠点を解決することを提案している。しかしながら、この方法によると、透明トナーの皮膜層が遮光性を呈するため、結果として得られる投影画像は色再現性が不十分なものである。このように上記欠点を解決するための有効な手段は未だ見出し出されないまま現在に至っている。

【0005】一方、電子写真法を用いた画像形成プロセスに用いる粉体状の現像剤としては、トナーとキャリアを有する二成分系現像剤と、キャリアを含まない一成分系現像剤とが公知であり、前者の二成分系現像剤を用いた二成分現像方式は、比較的安定した良好な記録画像が得られる反面、キャリアの劣化やトナーとキャリアの混合比の変動が発生しやすく、装置の維持管理が煩雑で、装置全体の構造が大型化しやすくなる欠点を有している。また、長期的な使用により、キャリア表面にトナーやトナー中の灰分が付着し、現像に必要な帯電性が得られなくなる場合がある。

【0006】また、一成分現像剤を用いた一成分現像方式(特に非磁性一成分現像プロセス)においては、現像ローラーへのトナーの補給性や現像ローラーのトナー保持性が悪いため、現像ローラーへトナーを強制的に擦りつけたり、ブレードにより現像ローラー上のトナー量を規制したりする。このため、現像ローラーに着色剤等がフィルミングし易くなる。現像ローラーがフィルミングすることにより、現像ローラーの寿命が短くなったり、トナーの帯電量が不安定になる。また、一成分現像プロセスにおいては、二成分現像プロセスよりもトナーの帯電性が大きい必要があり、トナー中の着色剤の帯電性が重要となる。特に、フルカラープロセスでは、3色以上のトナーを重ねあわせバランスを取る必要があるため、各色のトナーの帯電性が一致している必要があり、着色剤によりトナー帯電性が変化しないことが重要である。更にまた、定着ローラーに対しても、着色剤等がフィルミングすることによって、十分な定着性が得られなくなる場合がある。

【0007】以上のような二成分現像剤及び一成分現像剤の有する欠点を解決する手段として、従来から数多くの提案がなされているが、未だ満足するものは得られていない。特に前述のように、透明フィルム上に形成したトナー画像から得られる投影像の鮮明性を向上させ、且つ、上記の現像剤の欠点を解決する手段が一層期待され

ている。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】本発明は上述した技術的背景に基づいてなされたものであり、その第一の目的は、特に電子写真方法により透光性フィルム上に形成したトナー画像に基づきOHPにより投影像を作成する場合に、色再現性の優れた投影像になるようなカラートナーを提供することであり、更に第二の目的は、トナーの帯電性に優れ且つ現像ローラーへのトナー汚染の少ないカラートナーを提供することである。

【0009】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、投影像の色再現性のメカニズムについて、トナー粒子自体に注目し、検討を重ねた結果、トナー粒子の透明性が色再現性に強くかかわっていることを確認し、本発明に至ったものである。

【0010】即ち、本発明によれば、少なくともバイン*

| | |
|------------|-----------------|
| 定着機線速 | : 90±2 (mm/sec) |
| 定着ニップ幅 | : 10±1 (mm) |
| 定着ローラー表面温度 | : 160±2 (℃) |

更に、上記定着サンプルを、スガ試験機株式会社製の直読ヘーズコンピューターHGM-2DP型に装入し、ヘーズ度を測定し、(OHPシートそのもののヘーズ度を差し引いて、トナーのヘーズ度とした。(OHPシート:リコー社製、TYPE PPC-DX:OHPシート単独のヘーズ度は7%であるため、シート+トナーのトータルヘーズ度から、本発明記載のヘーズ度はすべて7%を引いた。)

【0013】トナーのヘーズ度を1~10%にする方法として、特にトナーを構成する顔料の粒子径を従来のものに比較して小さくすることが有効である。特に、トナー粒子中での平均分散粒子径を0.2μm以下に、より好ましくは0.15μm以下にすれば、トナーのヘーズ度を上記範囲にしやすいことが確認されている。

【0014】本発明のようなヘーズ度が1~10%である電子写真カラートナー、あるいは上記のような粒子径の小さな顔料粒子を含有する電子写真用カラートナーは、従来公知の製品あるいは公知文献にはない新規のものであり、従来公知のトナーでは本発明の課題は解決不能である。

【0015】顔料粒子の粒径が上記のように小さい電子写真用カラートナーは、次のような新規な方法により製造される。即ち、バインダー樹脂と顔料の混合物を、予め有機溶剤と共にバインダー樹脂の熔融温度よりも低い温度で1段目の混練を行ない、更にバインダー樹脂と帯電制御剤を加えて2段目の加熱熔融混練した後、粉碎してカラートナーを製造する。1段目の混練物に加える有機溶剤が、(バインダー樹脂+顔料)100重量部に対し、5~20重量部含有させた状態で1段目の混練を行なうことが、トナーのヘーズ度を低減するために効果的

* ダー樹脂、顔料及び帯電制御剤を主成分とするカラートナーにおいて、該カラートナーのヘーズ度が1~10(%)であることを特徴とする電子写真用乾式カラートナーが提供される。

【0011】このようにヘーズ度が特定範囲のトナーを用いることにより、OHPによる投影像は優れた色再現性を示すことが見出された。ヘーズ度が10%を越えると、投影像の色再現性が不十分であり、逆に1%に満たない場合は、投影像の色が薄く、視認しにくくなる。

【0012】ここでヘーズ度とは、トナーの透明性を表現する指標であり、一般には「角度 $\beta > 2.5^\circ$ 内の全光を積分して得られる透過光強度の入射光強度に対する百分率」と定義されており、本発明者等は次のようにして測定した。OHPシートにトナーを1mg/cm²ベタ現像したものを、リコー社製カラー複写機、プリテール550機の定着ユニットの改造機に通し、以下の条件にて、上記サンプルを定着させた。

である。

【0016】このような方法によると、トナー中に含有する顔料粒子の粒径が小さくなるのは、有機溶剤を用いることにより、初期的にバインダー樹脂と顔料が十分に付着した状態となって、分散が効果的に行なわれる条件になると共に、バインダー樹脂の熔融温度よりも低い温度で混練を行なうため、混練物の粘度が非常に高く、せん断力が強く働く状態となり、バインダー樹脂中での顔料の分散が良好になり、顔料の分散径が小さくなることに帰因するものと考えられる。

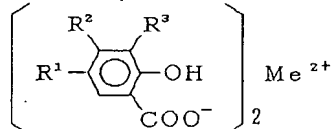
【0017】具体的な方法としては、例えば、バインダー樹脂、顔料及び有機溶剤を、スーパーミキサー等のブレンダーにて混合した後、得られた混合物を二本ローラー、三本ローラー等の混練機により、バインダー樹脂の熔融温度よりも低い温度で混練して、サンプルを得る。また、有機溶剤としては、バインダー樹脂との溶解性を考慮しながら、一般的なものを使用できるが、特に、アセトン、トルエン、メチルエチルケトン等が、顔料の分散性の面から好ましい。

【0018】この新規な製法によると、得られるカラートナーに含有する顔料粒子の粒径が小さくなるばかりでなく、該粒子の分散状態の均一性が高くなるため、OHPによる投影像の色の再現性がより一層良くなる要因になっている。

【0019】本発明のトナーにおいては、トナーに適切な帯電を付与するために帯電制御剤を含有させることが好ましい。この場合の帯電制御剤としては、カラートナーの色調をそこなうことのない透明色から白色系の物質を添加し、負極性若しくは正極性にトナー帯電性を安定化付与することができるものが好ましい。その中でも特

にサリチル酸誘導体の金属塩を添加することが、負極性にトナー帯電性を安定化付与する点で効果的である。

【0020】ここで使用されるサリチル酸誘導体の金属*



(式中、 R^1 、 R^2 及び R^3 は水素原子又は炭素数1～10のアルキル基あるいはアリル基を示し、特に水素原子又は炭素数1～6のアルキル基あるいはアリル基が望ましい。ここで R^1 、 R^2 、 R^3 は同時に同じであっても異なってもよい。また、Meは亜鉛、ニッケル、コバルト、銅、クロムから選ばれるいずれかの金属を示す。)

【0021】上記サリチル酸誘導体の金属塩は、CLARK, J. L. Kao, H (1948) J. Amer. Chem. Soc. 70, 2151に記載された方法によって容易に合成することができる。例えば、溶媒中に

*塩としては、下記一般式(I)で示される化合物が挙げられる。

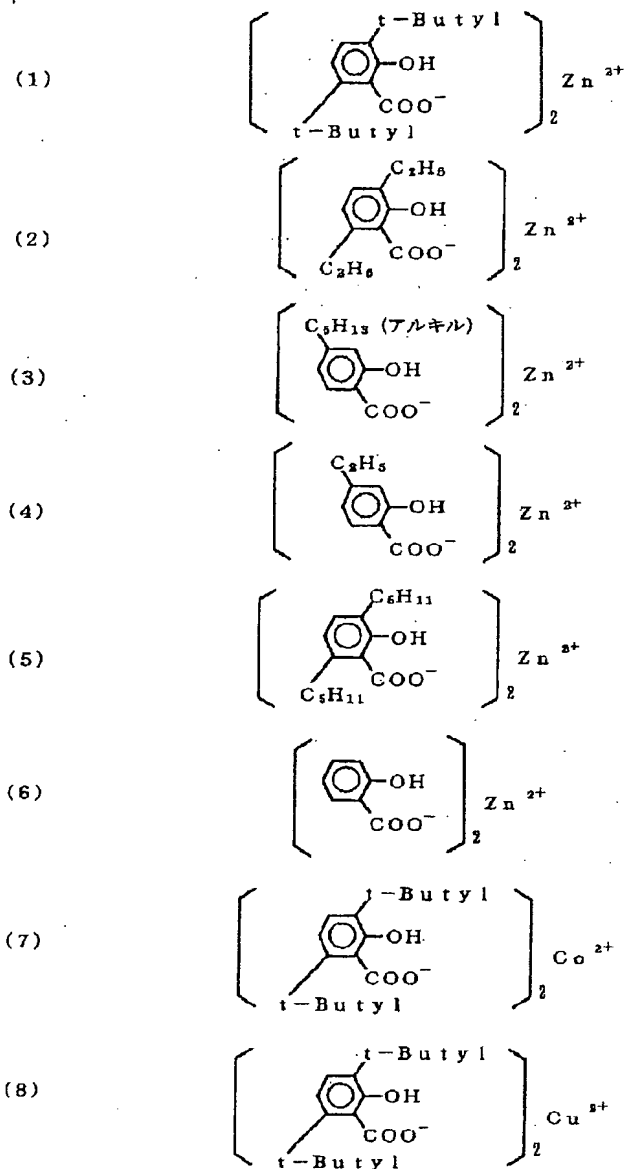
【化1】

(I)

2モルのサリチル酸ナトリウム塩(サリチル酸誘導体のナトリウム塩を含む)と、1モルの塩化亜鉛とを添加し混合し、加温して攪拌することにより亜鉛塩として得ることができる。この金属塩は白色を呈する結晶であり、トナーバインダー中に分散させた場合にも着色を示さないものである。金属塩が亜鉛塩以外のものについても、上記の方法に準じて製造することができる。上記サリチル酸誘導体の金属塩中、特に好ましい化合物の具体例を表1に示す。

【0022】

【表1】



【0023】上記サリチル酸誘導体の金属塩は、バインダー樹脂に対する分散性が良好であり、現像ローラー等にフィリングしにくい。特にサリチル酸誘導体の金属塩の含有量は0.5～8重量%が好ましい。

【0024】また、本発明のトナーにおいては、疎水化度50%以上のシリカ微粒子を外添剤としてトナー表面に存在させることが好ましい。このことにより現像ローラー上のトナーの帯電量が塗布量が長期の使用によってもより安定したものとなり、更に現像ローラーから、潜像担持体へのトナーの現像性は向上し、使用する環境条件による現像ローラー上のトナーの帯電量の変化がより少なくなる。この場合のシリカ微粉末の添加量は、0.1～2.0重量%が好ましく、特に0.5～1.0重量%が好ましい。

【0025】また、前記シリカ微粉末の“疎水化度”

は、次の方法により測定することができる。200mlのビーカーに水50mlを入れ、更に0.2gのシリカ微粉末を添加する。そして、マグネットスターラーでゆるやかに攪拌しつつ、滴下時に先端が水中に浸漬されたビュレットからメタノールを加え、浮かんでいるシリカ微粉末が沈み始め、完全に沈んだ時の滴下メタノールのml数を読み、疎水化度＝{滴下メタノールのml数／(50+滴下メタノールのml数)}×100(%)から求められる。メタノールは、この場合界面活性剤の役割をし、メタノールの滴下に伴って浮いているシリカ微粉末がメタノールを介して水中に分散するので、疎水化度の値が大きいほどシリカ微粉末の疎水化度は高い。

【0026】シリカ微粉末の疎水化度は、シリカ微粉末の表面をシラン系化合物等で表面処理(疎水化処理)することでコントロールできる。即ち、シリカ微粉末に結

合している水酸基にシラン化合物を反応させ、水酸基をシロキシル基等に置換することであり、従って、疎水化度とは疎水化前に存在した水酸基のうち上記反応により消失した水酸基の割合である。疎水化処理はシリカ微粉末にジアルキルジハロゲン化シラン、トリアルキルハロゲン化シラン、ヘキサアルキルジシラザン、アルキルトリハロゲン化シラン等を高温下で反応させることにより行なわれる。

【0027】また、本発明のトナーに用いられる顔料としては、従来より公知のものを使用することができるが、特にイエロートナーに用いられる顔料には、C. 1. Pigment Yellow 180を用いることが好ましい。この顔料は、特に凝集性が強く、通常のトナー製造方法、即ち、樹脂と顔料及び帯電制御剤をロール・ミルにより熔融混練する方法では、この顔料の強い凝集状態を解くことができない。得られたトナー粒子中の顔料粒子の分散径は大きく、従ってトナーのヘイズ度も大きくなり、カラートナーの需要品質である色再現性に劣るものしか得られない。ところが、本発明の製造方法、即ち、混練に入る前に、バインダー樹脂と顔料に、有機溶剤を充分混合した後に、混練すること、及びロール・ミルによる混練を第1段と第2段に分けて行なう方法により、凝集した顔料粒子を充分に解きばぐすことができ、ヘイズ度の低いトナーを得ることができる。本顔料を用いることで、長期使用によってもトナー表面からの顔料の剥離がなく、二成分現像剤におけるキャリア表面の汚染や、一成分現像における現像ローラーへのフィルミングが防止され、更にまた定着ローラーへのフィルミングが防止されることが明らかとなった。

【0028】本発明のカラートナーはOHP用のみならず

バインダー樹脂（ポリエステル樹脂：ビスフェノールAと
テレフタル酸を主成分とするもの、難化点100℃）
帯電制御剤（含フッ素四級アンモニウム塩化合物）
着色剤（アゾ系イエロー顔料：C.I. Pigment Yellow 180）

100部
3部
4部

を、ブレンダーで充分混合したのち、100～110℃に加熱した2本ロールによって熔融混練を75分間行ない、混練物を取り出した後、同様の混練を更に2度繰り返した。本混練物を自然放冷後、カッターで粗粉碎し、ジェット気流を用いた微粉碎機で粉碎後、風力分級装置を用いて、体積平均粒径7.6μmのイエロー色の母体着色粒子を得た。

【0033】更に、チタネート系カップリング剤にて表面処理を行なった疎水化度45%の酸化チタン微粉末0.5部を、上記イエロー色の母体着色粒子100部に対してヘンシェルミキサーにて混合を行ない、イエロー色のトナーを得た。本トナーの透明性に関する特性となるヘイズ度は10%であった。（OHPフィルム上のトナー画像のヘイズ度は17%であったが、フィルム自身のヘイズ度が7%であるためトナーのヘイズ度は10%とした。）また、イエロー顔料の平均分散径は0.25

*ず、普通紙上にカラー画像を形成する場合にも使用可能であり、色再現性に優れた鮮明な画像が得られることはもちろんである。更に、本発明の技術は、一成分トナー及び二成分トナーの双方に適用可能である。

【0029】

【実施例】次に、本発明を実施例により更に詳細に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。なお、以下において示す部はいずれも重量基準である。

【0030】また、特性測定は以下のようにして行なった。

①現像ローラー上のトナーの帯電量

現像ローラー上のトナーの帯電量測定は次のように実施する。出口側にフィルター層を具備したファラデーゲージを介し現像ローラー上に付着したトナーを吸引し、ファラデーゲージ内にトラップされたトナーの重量及び電荷重(Q/M)を算出する。なお、現像ローラー上トナーの帯電量は十分なる現像性、地肌のカブリ等の品質を考慮すると、-5～-30(μC/g)、特に好ましくは-10～-20(μC/g)が好ましく、経時で安定していることが望まれる。

【0031】②トナー中の顔料の平均分散径

トナーの超薄切片を作成し、透過型電子顕微鏡（日立社製H-9000H）を用いて、トナーの断面写真（倍率×20000）を作成した。本写真から、顔料部分の平均分散径を以下の様に測定した。1粒子の分散径は、最長径と最短径の平均とした。なお、凝集状態にあるものは凝集体自身を1粒子とした。平均分散径はランダムに選択した50点の分散径の平均値とした。

【0032】実施例1

μmであった。

【0034】一方、図1に示す現像装置（現像ローラーは表層としてシリコン樹脂を主成分とし、本現像ローラーに当接するポリウレタン材質から成るトナー供給ローラー、更に本現像ローラーに当接するウレタン材質のブレードを、図1に示すように設定した。）に本トナーを設定した。図1において、1は潜像担持体（ベルト感光体）、2は現像ローラー、2-1は芯金、2-2は樹脂コート層、3はトナー供給部材、4は現像剤塗布ブレード、5はアジテータ及び6は現像領域を、それぞれ示す。一方、潜像担持体としてベルト状の有機感光体を搭載したリコー社製レーザープリンターの改造機に、前記現像装置を設置し、現像ローラー／潜像担持体の線速比を1.2となるように設定して、評価を行なった。

【0035】更に、本現像装置を装着したリコー社製レーザープリンターの改造機にて、本トナーの画像をコピー

一用紙に転写後、熱ローラー定着（シリコンオイル塗布型）を行なったところ、鮮明なイエロー色の画像が得られた。更に、OHPシートに本トナーの画像を転写後、熱ローラー定着を同様に行ない、OHPにて投影を*

*行なったところ、イエロー色の投影像が得られた。更に、3万枚プリント後の画像も、初期と変わりのないものであった。

【0036】実施例2

バインダー樹脂（ポリエステル樹脂：実施例1と同一） 70部

着色剤（銅フタロシアニンブルー顔料） 30部

をブレンダーで充分混合した後、100～110℃に加熱した3本ロールミルに投入して、熔融混練を15分間行ない、混練物を取り出した後、同様の混練を更に2度繰り返した。本混練物を自然放冷後、カッターミルで粗粉※10

※碎し、1～3mmのサンプルを得た。（本サンプルを、サンプル1とする。）

【0037】更に、

バインダー樹脂（ポリエステル樹脂、上記のものと同一） 100部

サンプル1 7部

帯電制御剤（含フッ素四級アンモニウム塩化合物） 2部

をブレンダーで充分混合し、以後実施例1と同様に処理し、体積平均粒径7.8μmのシアン色の母体着色粒子を得た。更に、実施例1と同一の酸化チタン微粒子を同様に添加し、シアン色のトナーを得た。本トナーのヘー★

★ズ度は6%であった。また、本トナー中の顔料の平均分散径は、0.24μmであった。また、OHPの投影像はシアン色であった。

【0038】実施例3

バインダー樹脂（ポリオール樹脂、軟化点110℃） 80部

着色剤（キナクリドン系マゼンタ色顔料） 20部

をブレンダーで充分混合した後、100～110℃に加熱した3本ロールミルに投入して、熔融混練を15分間行ない、混練物を取り出した後、同様の混練を更に4度繰り返した。本混練物を自然放冷後カッターミルで粗粉☆

20☆碎し、1～3mmのサンプルを得た。（本サンプルをサンプル2とする。）

【0039】更に、

バインダー樹脂（ポリオール樹脂：上記のもの） 100部

サンプル2 20部

帯電制御剤（含フッ素四級アンモニウム塩化合物） 2部

を実施例1と同様に処理し、平均粒径7.4μmのマゼンタ色の母体着色粒子を得た。更に、同様の酸化チタン微粒子を0.5部、上記マゼンタ色母体着色粒子100部に対して添加し、実施例1と同様にマゼンタ色トナーを得た。本トナーのヘーズ度は7%であった。また、本◆

◆トナー中の顔料の平均分散粒子径は0.18μmであった。本トナーについて実施例1と同様な評価を行なったところ、鮮明なマゼンタ色画像が得られ、OHPの投影像も鮮明なマゼンタ色であった。

【0040】実施例4

バインダー樹脂（ポリオール樹脂：実施例3と同一） 70部

着色剤（アゾ系イエロー色顔料：C.I.Pigment Yellow 180） 30部

を実施例3と同様に3本ロールミルにて混練を行ない、1～3mmのサンプルを得た。（本サンプルをサンプル*

*3とする。）

【0041】更に、

バインダー樹脂（ポリオール樹脂：実施例3と同一） 100部

サンプル3 15部

帯電制御剤（含フッ素四級アンモニウム塩化合物） 2部

を実施例1と同様に処理して、イエロー色トナーを得た（平均粒径7.1μm）。本トナーのヘーズ度は7%であった。また、本トナー中の顔料の平均分散粒子径は0.19μmであった。本トナーについて実施例1と同様な評価を行なったところ、鮮明なイエロー色画像が得られ、OHPの投影像も鮮明なイエロー色であった。

【0042】実施例5

実施例4において、帯電制御剤をサリチル酸誘導体の金属塩（化合物例1）とした以外は、実施例4と同様にトナーを作成し、同様の評価を行なった（トナー平均粒径8.1μm）。本トナーのヘーズ度は7%であり、本トナー中の顔料の平均分散粒子径は0.20（μm）であ

った。鮮明なイエロー色画像が得られ、OHP投影像も鮮明であった。

【0043】実施例6

実施例3において、酸化チタン微粒子の代りに疎水化度70%の疎水性シリカ微粉末を用いた以外は、実施例3と同様にトナーを作成し、同様の評価を行なった（トナー平均粒径7.4μm）。本トナーのヘーズ度は7%であり、本トナー中の顔料の平均分散粒子径は0.18μmであった。鮮明なマゼンタ色画像が得られ、OHP投影像も鮮明であった。

【0044】実施例7

(8)

特開平9-101632

13

14

バインダー樹脂 (ポリエステル樹脂: 実施例1と同じ)

50部

着色剤 (銅フタロシアニンブルー顔料)

50部

トルエン

15部

をブレンダーで充分混合した後、50℃に加熱した2本のロールで20分間混練し、冷却後、カッターミルで粗粉砕して、1~3μmのサンプルを得た。(本サンプル*

バインダー樹脂 (実施例1と同じ)

100部

サンプル4

4部

帯電制御剤 (サリチル酸誘導体金属塩: 化合物2)

2部

をブレンダーで充分混合した後、100~110℃に加熱した2本ロールで実施例1と同様に熔融混練し、更に同様の処理を行ない、平均粒径7.7μmのトナーを得た。10※画像が得られ、OHP投影像も鮮明であった。なお、本トナー中の顔料の平均分散粒子径は0.12μmであつた。

た。本トナーのヘーズ度は4%であり、鮮明なシアン色※【0046】実施例8

バインダー樹脂 (ポリオール樹脂: 実施例2と同一)

50部

着色剤 (アゾ系、イエロー顔料: C.I. Pigment Yellow 180)

50部

アセトン

10部

を実施例7と同様に処理し、1~3mmのサンプルを得た。(本サンプルをサンプル5とする。)*【0047】更に、★

バインダー樹脂 (ポリオール樹脂: 実施例2と同じ)

100部

サンプル5

8部

帯電制御剤 (サリチル酸誘導体金属塩: 化合物例3)

2部

を実施例1と同様に処理し、平均粒径7.3μmのトナーを得た。本トナーのヘーズ度は3%であり、鮮明なイエロー色画像が得られ、OHP投影像も鮮明であった。☆【0048】比較例1

バインダー樹脂 (ポリエステル樹脂: 実施例1と同じ)

100部

着色剤 (銅フタロシアニンブルー顔料)

2部

帯電制御剤 (含フッ素四級アンモニウム塩化合物)

2部

をブレンダーで充分混合した後、100~110℃に加熱した2本ロールミルによって、熔融混練を30分間行なった。更に、混練物を自然放冷後、カッターミルで粗粉砕し、ジェット気流を用いた微粉砕機で粉砕後、風力分級装置を用いて体積平均粒径7.6μmのシアン色母体着色粒子を得た。更に、実施例1と同様の処理によりシアン色のトナーを得た。◆た、本トナー中に顔料の平均分散粒子径は、0.51μmであった。また、本トナーの画像を実施例1と同様に評価したところ、シアン色の画像は得られたが、OHPシートを用いた投影像は、シアン色の識別が不可能であった。更に、3万枚プリント後には、現像ローラーにシアン色の顔料汚染が見られ、画像上には、地肌部にカブリが発生した。

【0049】本トナーのヘーズ度は28%であった。ま◆【0050】比較例2

バインダー樹脂 (ポリオール樹脂: 実施例2と同じ)

80部

着色剤 (キナクリドン系マゼンタ顔料)

20部

をブレンダーで充分混合した後、100~110℃に加熱した2本ロールミルに投入して、熔融混練を15分行ない、混練物を取り出し、自然放冷後カッターミルで粗粉砕し、1~3μmのサンプルを得た。(本サンプルをサンプル6とする。)*【0051】更に、

バインダー樹脂 (ポリオール樹脂: 実施例2と同じ)

100部

サンプル6

20部

帯電制御剤 (含フッ素四級アンモニウム塩化合物)

2部

を実施例1と同様に処理し、平均粒径7.8μmのマゼンタ色のトナーを得た。本トナーのヘーズ度は18%であった。また、本トナー中の顔料の平均分散粒子径は0.38μmであった。また、本トナーの画像を実施例1と同様に評価したところ、マゼンタ色の画像は得られ※【0052】比較例3

バインダー樹脂 (ポリエステル樹脂: 実施例1と同じ)

70部

着色剤 (キナクリドン系マゼンタ顔料)

30部

をブレンダーで充分混合した後、100～110℃に加
熱した3本ロールミルに投入して、熔融混練を15分間
行ない、混練物を取り出し、自然放冷後、カッターミル*

*で粗粉碎し、1～3μmのサンプルを得た。(本サンプ
ルをサンプル7とする。)

【0053】更に、

バインダー樹脂 (ポリエステル樹脂：実施例1と同じ)

100部

サンプル7

14部

帯電制御剤 (含フッ素四級アンモニウム塩化合物)

2部

を実施例3と同様に処理し、平均粒径7.4μmのマゼ
ンタ色トナーを得た。本トナーのヘイズ度は13%であ
った。また、本トナー中の顔料の平均分散粒子径は0.
26μmであった。また、本トナーの画像を実施例1と
同様に評価したところ、マゼンタ色の画像は得られた
が、OHPシートを用いた投影像は、マゼンタ色の識別
はできるが不鮮明であった。更に、3万枚プリント後
は、現像ローラーにマゼンタ色の薄い顔料汚染が見ら
れ、画像上には若干の地肌部への汚れが発生した。

※び表3にまとめて示す。なお、OHPを用いた投影像の
評価基準は次に示す通りである。

ランク5：鮮明な色発色性

ランク4：色発色性は充分だが鮮明さは今一步

ランク3：色の識別はできるが不鮮明

ランク2：色の識別が何とかできるレベル

ランク1：色の識別が不可能

【0055】

【表2】

【0054】以上のトナーの特性及び評価結果を表2及※

| | トナー特性 | | 品質評価結果 |
|------|-------------|----------------------------|-------------------------|
| | ヘイズ度 (%) | トナー中の顔料 平均分散粒子径 (μm) | OHPを用いた 投影像 (ランク) |
| 実施例1 | 10 | 0.25 | 4 |
| 実施例2 | 10 | 0.24 | 4 |
| 実施例3 | 7 | 0.18 | 4.5 |
| 実施例4 | 7 | 0.19 | 4.5 |
| 実施例5 | 7 | 0.20 | 4.5 |
| 実施例6 | 7 | 0.18 | 4.5 |
| 実施例7 | 4 | 0.12 | 5 |
| 実施例8 | 3 | 0.10 | 5 |
| 比較例1 | 28 | 0.51 | 1 |
| 比較例2 | 18 | 0.38 | 2 |
| 比較例3 | 13 | 0.26 | 3 |

【0056】

【表3】

| | 品質評価結果 | | | |
|-------|---|--------------|-------------------|----------------|
| | 現像ローラー上のトナー 帯電量 ($-\mu\text{C/g}$) | | 現像ローラーへの トナー汚染 | 画像上での 地肌かぶり |
| | 初 期 | 3万枚 プリント後 | 3万枚 プリント後 | 3万枚 プリント後 |
| 実施例 1 | 11 | 10 | 未発生 | 未発生 |
| 実施例 2 | 14 | 10 | 未発生 | 未発生 |
| 実施例 3 | 16 | 12 | 未発生 | 未発生 |
| 実施例 4 | 15 | 12 | 未発生 | 未発生 |
| 実施例 5 | 20 | 18 | 未発生 | 未発生 |
| 実施例 6 | 18 | 16 | 未発生 | 未発生 |
| 実施例 7 | 20 | 18 | 未発生 | 未発生 |
| 実施例 8 | 20 | 19 | 未発生 | 未発生 |
| 比較例 1 | 11 | 4 | 発生 | 発生 |
| 比較例 2 | 14 | 6 | 若干発生 | 若干発生 |
| 比較例 3 | 15 | 8 | 若干発生 | 若干発生 |

【0057】

【発明の効果】請求項1の電子写真用乾式カラートナーは、少なくともバインダー樹脂と顔料と帯電制御剤を主成分とするトナーにおいて、ヘーズ度が15(%)以下であることから、本トナーによると、OHPによる投影像の色発色性が鮮明なものになる。

【0058】請求項2の電子写真用乾式カラートナーは、更にカラートナー中の顔料の平均分散粒子径が0.2 μm 以下であることから、本トナーによると、OHPによる投影像の色発色性が鮮明になると共に、トナー表面からの顔料の脱離が防止され、現像ローラーへの汚染が減少し、帯電性の安定したものとなる。

【0059】請求項3の電子写真用乾式カラートナーは、更に顔料として、C. I. Pigment Yellow 180を含有することから、長期使用による現像ローラー汚染が減少し、帯電性の安定したものとなる。

【0060】請求項4の電子写真用乾式カラートナーは、帯電制御剤として、サリチル酸誘導体の金属塩を含有することから、現像ローラー上でのトナーの帯電量が経時的に更に安定化されたものとなり、本トナーによると長期的により安定して高品質カラー画像が得られる。

【0061】請求項5の電子写真用乾式カラートナーは、更に外添剤として疎水化度50%以上の疎水性シリカ微粉末を含有することから、現像ローラー上のトナーの帯電量が経時的に安定化したものとなる。

【0062】請求項6の電子写真用乾式カラートナーの製造方法は、バインダー樹脂と顔料の混合物を予め有機溶剤と共にバインダー樹脂の熔融温度よりも低い温度で混練を行なうこととしたことから、本方法によると、トナー中の顔料の分散が効果的に行なわれ、OHPによる投影像の色発色性に優れ、またトナー表面からの顔料の脱離が防止されたトナーが得られる。

【0063】請求項7の電子写真用乾式カラートナーの製造方法は、請求項6の予め混練物に加える有機溶剤を(バインダー樹脂樹脂+顔料)100重量部に対し、5~20重量部含有させた状態で1段目の混練を行なうものとしたことから、本方法によると、トナー中の顔料の分散が更に効果的に行なわれるという効果が加わる。

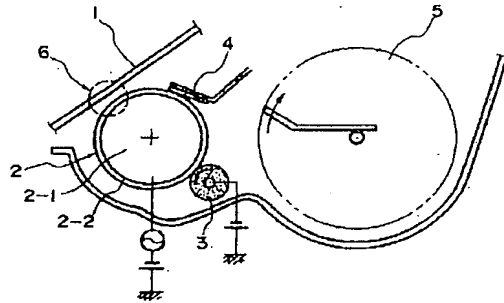
【図面の簡単な説明】

【図1】本発明のトナーを使用するのに有用な現像装置の一例を示す現像ローラー部を中心とした模式断面図である。

【符号の説明】

- 1 潜像担持体(ベルト感光体)
- 2 現像ローラー
- 2-1 芯金
- 2-2 樹脂コート層
- 3 トナー供給部材
- 4 現像剤塗布ブレード
- 5 アジテータ
- 6 現像領域

【図1】



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☒ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☒ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.